



**KARATERISASI STRUKTUR KRISTAL ZnO
DENGAN DOPING Mn MENGGUNAKAN
ALAT *X-RAY DIFFRACTION***

Pembimbing :

OLEH:

RIDWAN YUSUF LUBIS

NIP. 19901218 201903 1 008

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI SUMATERA UTARA
MEDAN
2020**

**Judul : KARAKTERISASI STRUKTUR
KRISTAL ZnO DENGAN DOPING Mn
MENGUNAKAN ALAT X-RAY
DIFFRACTION**

Nama : Ridwan Yusuf Lubis

NIP : 19901218 201903 1 008

**FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
PROGRAM STUDI FISIKA**

RIDWAN YUSUF LUBIS

**Karakterisasi Struktur Kristal ZnO Dengan Doping
Mn Menggunakan Alat *X-Ray Diffraction***

ix + 53 halaman, 3 tabel, 2 lampiran

ABSTRAK

Material *Dilute Magnetic Semiconductor (DMS)* ZnO dengan doping Mn merupakan material bagus untuk aplikasi *spintronics*. $Zn_{1-x}Mn_xO$ dengan variasi doping Mn ($x = 0,3$ dan $0,7$) disintesis menggunakan metode *solid state reaction*. Serbuk ZnO dan doping Mn dicampurkan dan digiling menggunakan *high speed shaker milling*. Pencampuran ZnO dan doping Mn ditambah dengan Toluene untuk membantu mempercepat reaksi antara ZnO dengan doping Mn. Hasil campuran kemudian dicetak menggunakan *molding* mesin press. Hasil campuran $Zn_{1-x}Mn_xO$ dikarakterisasi untuk melihat perubahan struktur kristalnya dengan menggunakan alat *X-Ray Diffraction* (XRD). Hasil XRD dari $Zn_{1-x}Mn_xO$ menunjukkan *polycrystal hexagonal wurtzite*. Intensitas difraksi dan parameter kisi a dan c mengalami penurunan dan sudut puncak difraksi 2θ mengalami pergeseran ke sudut yang lebih tinggi. Hal ini mengindikasikan bahwa ion Mn telah bersubstitusi kedalam matriks ZnO tanpa merubah struktur kristalnya.

Kata Kunci : *Dilute Magnetic Semiconductor, ZnO, Mn, Solid State Reaction*

**SCIENCE AND TECHNOLOGY FAKULTY
DEPARTMENT OF PHYSICS**

RIDWAN YUSUF LUBIS

**Characterization Crystal Structures of ZnO Doping
by Mn Using X-Ray Diffraction**

ix + 64 pages, 3 tables, 2 attachments

ABSTRACT

Dilute Magnetic Semiconductor (DMS) material ZnO doped with Mn is a good material for spintronics applications. $Zn_{1-x}Mn_xO$ with Mn doping variations ($x = 0.3$ and 0.7) were synthesized using the solid state reaction method. ZnO powder and doping Mn are mixed and milled using a high speed shaker milling. Mixing ZnO and doping Mn added with Toluene to help speed up the reaction between ZnO and doping Mn. The mixture is molded using molding press machine. The results of the $Zn_{1-x}Mn_xO$ mixture were characterized to watch the structure change using the X-Ray Diffraction (XRD). The XRD results from $Zn_{1-x}Mn_xO$ showed polycrystal hexagonal wurtzite. The diffraction intensity and lattice parameters a and c have decreased and the peak angle of diffraction 2θ has shifted to a higher angle. This indicates that Mn ion has substituted into the ZnO matrix without changing its crystal structure.

Keyword : Dilute Magnetic Semiconductor, ZnO, Mn, Solid State Reaction

SURAT REKOMENDASI

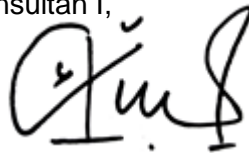
Saya yang bertanda tangan di bawah ini, menyatakan bahwa penelitian saudara :

Nama : **Ridwan Yusuf Lubis, M.Si**
NIP : 19901218 201903 1 008
Tempat/tanggal lahir : Mandailing Natal, 18 Desember 1990
Jenis Kelamin : Laki-laki
Agama : Islam
Pangkat/Gol : Penata Muda TK.I (III/b)
Unit Kerja : Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sumatera Utara Medan
Judul Penelitian : Karakterisasi Struktur Kristal ZnO Dengan Doping Mn Menggunakan Alat X-Ray Diffraction

Telah memenuhi syarat sebagai suatu karya ilmiah, setelah membaca dan memberikan masukan saran-saran terlebih dahulu.

Demikian surat rekomendasi ini diberikan untuk dapat dipergunakan seperlunya.

Medan, 09 September 2020
Konsultan I,



Dr. Abdul Halim Daulay, S.T., M.Si
NIP. 19811106 200501 1 003

SURAT REKOMENDASI

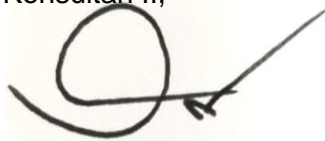
Saya yang bertanda tangan di bawah ini, menyatakan bahwa penelitian saudara :

Nama : **Ridwan Yusuf Lubis, M.Si**
NIP : 19901218 201903 1 008
Tempat/tanggal lahir : Mandailing Natal, 18 Desember 1990
Jenis Kelamin : Laki-laki
Agama : Islam
Pangkat/Gol : Penata Muda TK.I (III/b)
Unit Kerja : Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sumatera Utara Medan
Judul Penelitian : Karakterisasi Struktur Kristal ZnO Dengan Doping Mn Menggunakan Alat X-Ray Diffraction

Telah memenuhi syarat sebagai suatu karya ilmiah, setelah membaca dan memberikan masukan saran-saran terlebih dahulu.

Demikian surat rekomendasi ini diberikan untuk dapat dipergunakan seperlunya.

Medan, 09 September 2020
Konsultan II,



Muhammad Nuh, S.Pd., M.Pd
NIP. 19750324 200710 1 001

KATA PENGANTAR

Puja dan puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya, sehingga laporan penelitian ini dapat terselesaikan. Penelitian ini berjudul “Karakterisasi Struktur Kristal ZnO Dengan Doping Mn Menggunakan Alat X-Ray Diffraction”. Penyusunan laporan tidak terlepas dari bantuan dan dorongan dari berbagai pihak, baik moril maupun materiil. Untuk itu dengan segala hormat penulis mengucapkan terimakasih kepada rekan-rekan yang telah membantu dan terutama kepada Kedua Konsultan yang memberi koreksi dan masukan berharga.

Penulis menyadari bahwa semua yang tertuang dalam laporan ini jauh dari sempurna. Oleh karena itu penulis mengharapkan masukan berupa kritik dan saran demi kesempurnaan penelitian ini. Akhirnya penulis berharap semoga laporan penelitian ini dapat bermanfaat.

Medan, Agustus 2020

DAFTAR ISI

| | |
|--|-----|
| HALAMAN JUDUL | 1 |
| ABSTRAK..... | ii |
| ABSTRACT | iii |
| SURAT REKOMENDASI..... | iv |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI..... | vii |
| DAFTAR TABEL..... | ix |
| BAB I PENDAHULUAN..... | 10 |
| 1.1 Latar Belakang | 10 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 12 |
| 1.3 Batasan Masalah | 12 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA..... | 14 |
| 2.1 <i>Spintronics</i> | 14 |
| 2.2 <i>Dilute Magnetic Semiconductors</i> (DMS)..... | 17 |
| 2.2.1. <i>Dilute Magnetic Semiconductors</i> (DMS) Golongan II-VI | 19 |
| 2.3 ZnO | 19 |
| 2.4 DMS Golongan II-IV Berbasis ZnO | 22 |
| 2.5 Mangan (Mn) | 23 |
| 2.6 <i>Solid State Reaction</i> | 24 |
| 2.7 Pencampuran dan Penggilingan (<i>Milling and Mixing</i>)..... | 26 |
| 2.8 Pembentukan..... | 27 |
| 2.9 Proses <i>Sintering</i> | 29 |
| 2.10 <i>X-Ray Diffraction</i> (XRD)..... | 29 |
| BAB III METODE PENELITIAN | 34 |
| 3.1 Lokasi Penelitian dan Waktu Penelitian | 34 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 34 |
| 3.2.1. Peralatan yang digunakan | 34 |

| | |
|--|----|
| 3.2.2. Peralatan yang digunakan | 35 |
| 3.3 Diagram Alir | 35 |
| 3.4 Prosedur Penelitian | 36 |
| 3.4.1. Pencampuran Bahan Baku | 37 |
| 3.4.2. Proses Kompaksi..... | 38 |
| 3.4.3. Proses Sintering | 38 |
| 3.5 Karakterisasi | 39 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | 40 |
| 4.1 Hasil Penelitian | 40 |
| 4.1.1 Analisa <i>X-Ray Diffraction (XRD)</i> | 41 |
| BAB V SIMPULAN DAN SARAN | 47 |
| 5.1 Kesimpulan | 47 |
| 5.2 Saran | 47 |
| DAFTAR PUSTAKA | 49 |
| Lampiran 1 Perhitungan Parameter Kisi | 51 |
| Lampiran 2 ICDD Card | 52 |

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 4.1 Konsentrasi Doping | 40 |
| Tabel 4.2 Perhitungan parameter kisi dari $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ ($x = 0, 3$ dan 7 at\%)..... | 45 |

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Penggunaan nanosains dimulai ketika munculnya pertanyaan mengenai bagaimana nanomaterial dapat dikembangkan untuk meningkatkan kehidupan manusia. Sebagai contoh, pada bidang kedokteran, bagaimana menggabungkan nanopartikel dengan sel pada tubuh manusia sehingga material tersebut dapat bersifat seperti sensor untuk mendeteksi beberapa problem kesehatan seperti kanker. Disisi lain, pengembangan nanopartikel juga berkontribusi pada bidang teknologi yaitu peralatan elektronik. Peralatan elektronik dengan pengurangan ukuran disinyalir memiliki kemampuan dalam hal kecepatan yang lebih baik. Alternatif lain yang dikembangkan yaitu dengan mengecilnya ukuran, konsumsi daya listrik pun akan semakin kecil. Topik penelitian yang paling diminati pada bidang teknologi sekarang ini adalah pengembangan peralatan berbasis spin elektron (spintronik). Pengembangan material ferromagnetik berbasis spin elektron pada peralatan elektronik dipercaya dapat meningkatkan kemampuan penyimpanan informasi pada magnetic recording (seperti hard disks, optical disk, magnetic tapes, dsb)¹

Banyak percobaan telah dilakukan untuk mensintesis material semikonduktor berskala nano 1-dimensi ini dan salah satunya adalah ZnO. ZnO merupakan senyawa semikonduktor golongan II-VI yang mempunyai sifat elektronik dan fotonik yang penting karena memiliki stabilitas termal dan kimia yang baik, celah energi langsung yang lebar (3,37 eV) pada suhu kamar, dan energi ikat eksiton yang besar (60 meV). Energi ikat eksiton yang kuat dapat men jamin suatu emisi

¹ Nadia Febiana Nadia Febiana (2011) Effect Penambahan Atom Mangan pada Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) Terhadap Struktur, Sifat Optik dan Magnetik, FMIPA UI

eksiton yang efisien pada suhu kamar sehingga menjadikan ZnO sebagai kandidat menjanjikan bagi material elektronik dan fotonik generasi mendatang.²

Selanjutnya, pengembangan terhadap nanomaterial dibagi menjadi beberapa spesifikasi, salah satunya Dilute Magnetic Semiconductors (DMSs). Material berbasis DMSs menarik perhatian yang cukup besar beberapa tahun terakhir dimana modifikasi dapat dilakukan dengan menyisipkan atom dari golongan logam transisi pada posisi atom utama secara perhitungan stokiometri. Penyisipan atom logam transisi (TM) pada material DMSs banyak menarik peneliti untuk dieksplorasi guna mengetahui sifat magnetoelektrik.³

Logam Transisi (TM) yang mempunyai kulit d terisi sebagian (elektron tidak berpasangan) dengan konfigurasi elektronik seperti Fe (4s²,3d⁶), Co (4s²,3d⁷) dan Mn (4s²,3d⁵); telah banyak digunakan sebagai pengotor magnetik di DMSs untuk perangkat berbasis spintronics. Seperti diketahui, ZnO telah dikenal untuk menjadi host matriks yang sangat baik untuk doping dengan ion logam transisi magnetik. Di antara semua logam transisi impurities; Mn secara luas digunakan untuk doping ke ZnO, karena radius yang hampir sama (0,083 nm) dengan atom Zn (0,074 nm) dan kelarutan tinggi.⁴

Pada penelitian kali ini, peneliti mempersiapkan satu series sampel ZnO doping Mn menggunakan metode solid state reaction. Tujuan dari peneliti kali ini adalah untuk menginvestigasi perubahan struktur ZnO partikel terhadap pengaruh penambahan atom Mn sebagai doping untuk mengetahui perubahan struktur sampel terhadap pengaruh konsentrasi doping, peneliti melakukan

² Evi Maryanti (2008) Proceeding of The International Seminar on Chemistry 2008 (PP.125-129)

³ Nadia Febiana Nadia Febiana (2011) Effect Penambahan Atom Mangan pada Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) Terhadap Struktur, Sifat Optik dan Magnetik, FMIPA UI

⁴ J. Das, D.K. Mishra, V.V. Srinivasu, D.R. Sahu, B.K. Roul (2015) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 382 111-116

karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD) Untuk mengetahui hasil yang diperoleh, maka peneliti melakukan analisis dan diskusi lebih lanjut yang dibahas pada Bab IV.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang masalah di atas maka permasalahan umum yang akan dibahas dalam penelitian ini adalah bagaimanakah pengaruh dari variasi doping Mn terhadap struktur dan sifat magnet material semikonduktor ZnO yang bagus untuk digunakan sebagai bahan spintronik.

1.3 Batasan Masalah

Untuk mendapatkan hasil penelitian dari permasalahan yang ditentukan, maka ada pembatasan masalah penelitian, yaitu sebagai berikut :

- 1 Sampel yang digunakan adalah ZnO dengan doping Mn.
- 2 Metode yang digunakan adalah solid state reaction.
- 3 Variasi dari Mn sebanyak 0, 3 dan 7 at% pada $Zn_{1-x}Mn_xO$
- 4 Suhu dan waktu penahanan yang digunakan sebesar 500 oC selama 4 jam.

1.4. Tujuan Penelitian

Mengetahui pengaruh dari variasi doping terhadap struktur dan sifat magnet dari material semikonduktor ZnO (zinc oxide) didoping Mn dengan metode solid state reaction untuk dijadikan sebagai bahan spintronik.

1.5. Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat menjadi acuan dalam merencanakan material semikonduktor zinc oxide (ZnO) dengan doping Mn yang divariasikan dan dicampurkan dengan metode solid state reaction.

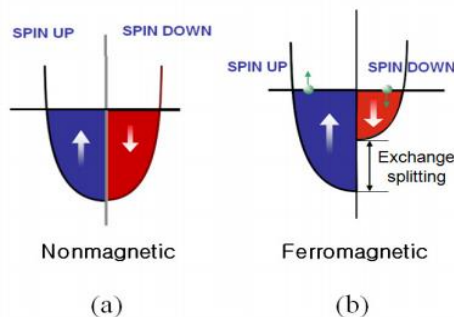
BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

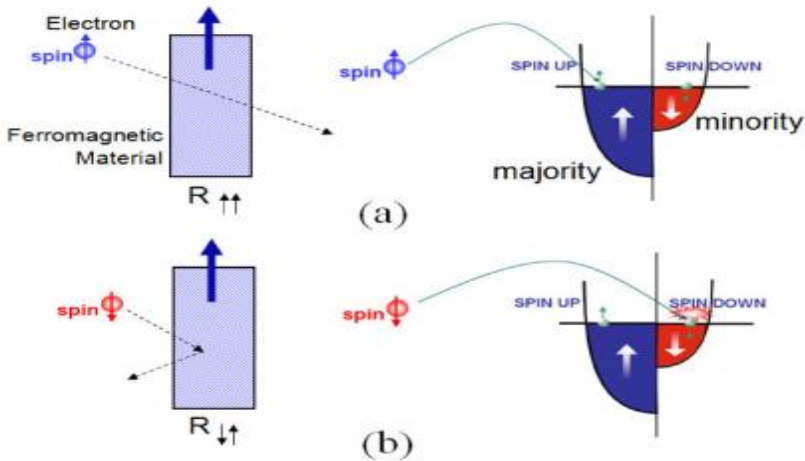
2.1 *Spintronics*

Logam memiliki pembawa muatan dalam jumlah yang besar, sekitar bilangan Avogadro. Insulator memiliki kesenjangan besar antara valensi dan pita konduksi. Antara mereka ada semikonduktor yang memiliki celah pita sempit. Namun sejumlah kecil pembawa muatan dapat ditingkatkan dengan tambahan doping.

Dari sudut pandang struktur pita, bahan non magnetik memiliki jumlah yang sama antara elektron spin-up dan spin-down (Gambar. 2.1 (a)). Jadi, magnetisasi bersih menjadi nol. Di sisi lain, bahan feromagnetik memiliki jumlah yang berbeda antara elektron spin-up dan spin-down. Ketidakseimbangan antara spin-up dan spin-down terjadi karena pemisahan pada saat pertukaran, seperti yang ditunjukkan pada gambar. 2.1 (b). Kemudian, material menjadi feromagnetik dengan magnetisasi bersih tidak nol. Di medan magnet yang tinggi, magnetisasi jenuh merupakan magnetisasi saturasi (M_s). Medan magnet diturunkan menjadi nol, magnetisasi tetap pada posisi yang sama merupakan magnetisasi remanen (M_r). Bidang koersif H_c didefinisikan sebagai besar magnet luar yang dibutuhkan agar magnetisasi bersih nol.



Gambar. 2.1 a) dan b) Skema struktur bahan non-magnetik dan feromagnetik



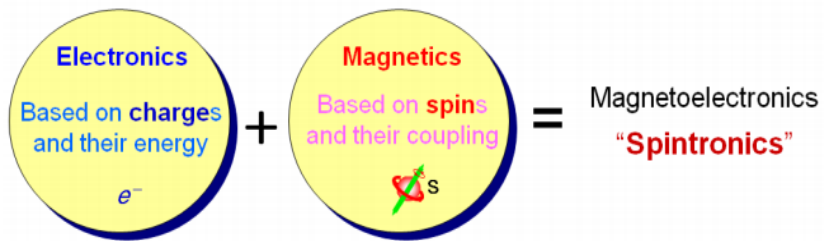
Gambar. 2.2 Skematik diagram a) ketika spin-up elektron dengan mudah melewati feromagnet dengan mayoritas spin-up dan b) ketika spin down, elektron sulit untuk melewati feromagnetik tersebut.

Kedua keadaan fisik di atas fundamental dimana muatan elektronik dan magnetik berada dalam hubungan erat satu sama lain. Ini berarti bahwa muatan spin mempengaruhi sifat transportasi listrik. Ini disebut spin dependent transportation, yang merupakan asal dari spintronics. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar. 2.2. Kita membandingkan satu bahan feromagnetik yang terpolarisasi sempurna dengan elektron spin up dan menerapkan arus melalui material. Elektron spin-up mudah melewati feromagnet (Gambar. 2.2(a)), sedangkan spin-down elektron sulit untuk lewat (Gambar. 2.2(b)).

Dalam sudut pandang struktur pita, ketika spin-up transfer elektron ke feromagnet, terdapat kepadatan muatan relatif tinggi untuk transpotasi. Hal ini membuat resistansi muatan rendah. Pada sebaliknya, elektron spin-down memiliki kepadatan muatan relatif rendah untuk transportasi. Hal ini membuat resistensi muatan yang tinggi. Ini adalah alasan mengapa transportasi listrik dipengaruhi oleh satuan spin. Spin dependent transportation ini adalah asal spintronics.

Elektron memiliki dua derajat kebebasan, satu adalah muatan dan yang lainnya adalah spin. Bahan

elektronik didasarkan pada muatan elektron dan energi mereka, sementara bahan magnet berdasarkan spin elektron dan koplingnya. Kombinasi elektronik dan magnet ini disebut magnetoelectronics, dan hanya spintronics yang menggunakan dua dasar sifat elektron, muatan dan spin pada saat yang sama. Ini adalah alasan mengapa spintronics telah menarik banyak perhatian. Ada elektronik yang mengungkapkan data angka biner; 0 dan 1. Dalam hal ini, “0” mewakili tidak adanya muatan elektron dan “1” merupakan kehadiran muatan elektron.



Gambar. 2.3. Spintronics menggunakan dua sifat dasar dari elektron, yaitu muatan dan spin nya secara bersamaan.

Spintronics juga harus mengungkapkan data biner digit; 0 dan 1. Elektron dapat memutar searah jarum jam atau berlawanan arah. Kemudian yang berlawanan berhenti berputar dan yang searah jarum jam memberikan spin-down, spin-up dan spin-down elektron ini memainkan peran muatan “0” dan “1”. Dan spintronics beroperasi dengan menerapkan magnetik. Jadi, ada beberapa keuntungan dari spintronics, dibandingkan dengan elektronik. Misalnya, ukuran perangkat yang lebih kecil.

Perangkat yang lebih kecil membutuhkan lebih sedikit energi listrik dengan kepadatan yang lebih tinggi. Spin bergerak dengan gerakan yang sangat cepat, sehingga dapat diperoleh kecepatan pemrosesan data yang lebih tinggi. Selanjutnya, karena spintronics, menggunakan dua derajat kebebasan, muatan dan spin di

saat yang sama maka fungsi yang diharapkan dari spintronics bisa lebih banyak.⁵

2.2 Dilute Magnetic Semiconductors (DMS)

Di seluruh dunia upaya eksperimental dan teoritis telah diarahkan memahami fisika yang mendasari fenomena yang tidak biasa yang terkait dengan semikonduktor khusus. Pengakuan dari pentingnya materi ini telah meningkat pesat sejak tahun 1977 ketika Kamarov et al pertama kali melaporkan peningkatan raksasa efek magnetik-optik di CdMnTe.

Bahan-bahan ini dikenal sebagai Dilute Magnetic Semiconductor (DMS) atau Semimagnetic semiconductor (SMSC). DMS atau SMSC yang semikonduktor dibentuk dengan mengganti sebagian kecil dari kation dalam berbagai senyawa semikonduktor oleh ion logam transisi.

Berbagai macam perangkat dapat diproduksi menggunakan bahan DMS ini dengan memanfaatkan berbagai semikonduktor dan sifat magnetinya. Dalam medan magnet nol, DMS berperilaku serupa mode untuk semikonduktor ternary bukan magnetik normal.

Pada tahap awal pengembangan DMS, senyawa II-VI semikonduktor yang mengandung substitusi ion Mn^{2+} mendapatkan perhatian besar dan hal ini mengakibatkan senyawa DMS ini menjadi yang paling umum dipelajari secara menyeluruh. Penggantian dari Mn^{2+} oleh ion logam transisi lainnya seperti Fe^{2+} , adalah pembangunan DMS tahap berikutnya. Banyak pekerjaan penelitian eksperimental dan teoritis sekarang sedang dilakukan pada bahan-bahan baru.⁶

Dilute Magnetic Semiconductor (DMSs) telah menarik perhatian yang signifikan karena spintronics, yang

⁵ Myung Hwa Jung (2010) Mechanical Properties of Complex Intermetallics: pp. 405-423

⁶ Jain Mukesh Kumar (1991) Dilute Magnetic Semiconductors, CHIP 91-26394

mempelajari perangkat elektronik berdasarkan elektron spin. Hal ini diharapkan dapat membangun semikonduktor spin elektronik (spintronics) sebagai teknologi praktis berdasarkan bahan fungsional tersebut. Di antara semua DMS, senyawa semikonduktor II-VI dan III-V doping TM telah dipelajari secara ekstensif, dimana TM adalah transisi 3d logam seperti Fe, Co, Ni, dan Mn dan lain-lain. Kehadiran TM ion dalam bahan ini menyebabkan interaksi pertukaran antara elektron sp band spin atau hole dan d elektron spin lokal di ion magnetik, sehingga menghasilkan magnetic-field-induced functionality.⁷

Dilute Magnetic Semiconductor (DMS) ZnO doping logam transisi (TM) telah menarik banyak peneliti karena aplikasi potensial dalam spintronics seperti spin-valve transistors, spin light emitting diodes dan nonvolatile storage. DMS ini hanya dapat dioperasikan pada suhu cryogenic, karena tidak adanya sifat ferromagnetik atau suhu Curie (T_c) yang rendah. Sebuah karya kunci mewujudkan perangkat spintronics adalah mengembalikan DMS dengan sifat ferromagnetik di atas suhu kamar. Kemungkinan merancang DMS tersebut jelas bisa diwujudkan setelah munculnya Oxide Dilute Magnetic Semiconductors (ODMS) seperti ZnO, SnO₂ dan TiO₂ doping logam transisi (Hengda Li, 2014). Logam transisi di doping Dilute Magnetic Semiconductor (DMS) timbul dari kelayakan manipulasi derajat kebebasan baik muatan dan spin dalam sistem bahan tunggal (Q. Gao, 2016). Sintesis Dilute Magnetic Semiconductor (DMS) telah dipelajari oleh banyak penulis dengan tujuannya untuk mendapatkan DMS dengan suhu Curie tinggi⁸

⁷ W. Chen, L.F. Zhao, Y.Q. Wang, J.H. Miao, S. Liu, Z.C. Xia, S.L. Yuan (2005) Solid State Communications 134 (2005) 827-830

⁸ J.F. Piamba, J.C. Paz, Ligia E. Zamora, G.A. Pérez Alcázar (2012) J Supercond Nov Magn (2012) 25:2223–2226

3.2.1. *Dilute Magnetic Semiconductors (DMS)* **Golongan II-VI**

Kebanyakan senyawa semikonduktor biner golongan II-VI mempunyai struktur kubik, zink blenda atau heksagonal wurtzite, dimana setiap anion dikelilingi oleh empat kation pada sudut tetrahedron dan sebaliknya. Koordinasi tetrahedral ini merupakan tipe ikatan kovalen sp^3 , akan tetapi material-material ini juga mempunyai karakter ionik yang substansial.

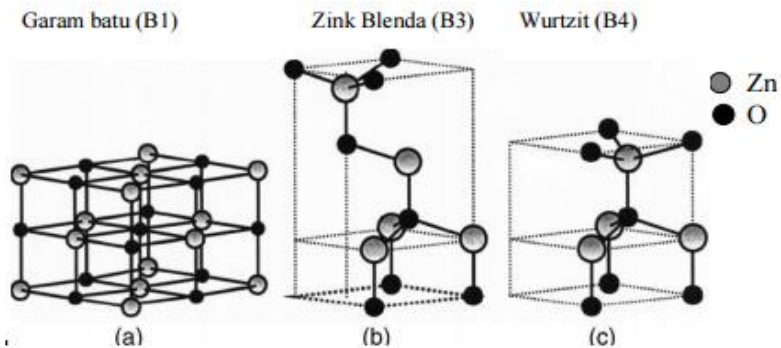
Sebuah karya kunci untuk mewujudkan perangkat spintronics yaitu dengan cara mengembangkan DMS dengan sifat feromagnetik di atas suhu kamar. Kemungkinan merancang DMS tersebut jelas setelah munculnya oksida semikonduktor didoping logam transisi seperti ZnO, SnO₂, dan TiO₂. Bahan semikonduktor golongan II-VI memiliki banyak sifat baru yang baik dari sudut pandang teknologi. Perhitungan teoritis telah meramalkan DMS berbasis ZnO, seperti didoping V, Cr, Fe, Co dan Ni senyawa ZnO dapat menunjukkan perilaku feromagnetik (FM), asalkan doping logam transisi yang diisi menghasilkan spin-split impurity Band parsial. Baru-baru ini, sifat feromagnetik dengan T_c lebih tinggi dari RT juga telah dilaporkan untuk V, Fe, Co dan Ni mendoping ZnO DMS, menyusul prediksi Dietl et al. Baru-baru ini dengan jelas menetapkan bahwa asal sifat feromagnetik suhu kamar di nanokristalin ZnO adalah karena pembawa bebas⁹

2.3 ZnO

ZnO adalah suatu senyawa semikonduktor II-VI yang berada pada perbatasan antara semikonduktor

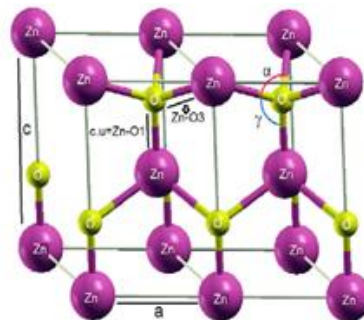
⁹ Hengda Li, Xinzhong Liu, Zhigong Zheng (2014) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 372 37-40

kovalen dan ionik. Struktur kristal ZnO dapat berupa hexagonal wurtzite (B4), zink blenda (B3), dan garam batu (B1) seperti yang ditunjukkan pada gambar 2.4. Pada kondisi ruang, fasa stabil secara termodinamika adalah wurtzite. Kristal ZnO dengan struktur zink blenda dapat menjadi stabil hanya dengan penumbuhan pada substrat-substrat yang memiliki struktur kubik dan struktur garam batu (NaCl) dihasilkan pada tekanan yang relatif tinggi.



Gambar 2.4. Gambaran struktur-struktur kristal ZnO : (a) kubik garam batu, (b) kubik zink blenda, (c) wurtzite heksagonal

Struktur wurtzite mempunyai sel satuan heksagonal dengan dua parameter kisi, a dan c mempunyai grup ruang C_4 atau $P6_3mc$. Gambaran skematik dari struktur wurtzite ditunjukkan pada gambar 2.5.



Gambar 2.5. Gambaran skematik dari struktur wurtzite

ZnO memiliki unit sel heksagonal dengan dua parameter kisi a dan c dalam rasio idealnya bisa menjadi 1,633 [$c/a=(8/3) 0,5$]. Kisi parameter a dan c mewakili tepi. Panjang plane segi enam basal dan tinggi aksial sel satu tegak lurus terhadap masing-masing plane basal. Struktur heksagonal dari ZnO terdiri dari dua penetrasi dalam hexagonal close packed (hcp). Sub kisi yang mengandung empat atom per unit sel dari satu jenis.

Setiap atom dari satu jenis di kelilingi oleh empat atom dari jenis lainnya ditempatkan di sudut tetrahedron atau sebaliknya. Sub kisi ini mengungsi dengan menghormati satu sama lain sepanjang c -axis oleh jumlah u , dikenal sebagai parameter internal. Koordinat atom pecahan oksigen ($1/3, 2/3, u$) di ZnO (S.G P63mc) dinyatakan dalam hal u yang juga terkait dengan anion-kation panjang ikatan sejajar dengan c -axis (Zn-O1, $N=1$ adalah jumlah koordinasi) dan parameter kisi c oleh hubungan $c.u = \text{Zn-O1}$. Pengurangan u mungkin saat Zn-O1 menurun atau c meningkat. Hal ini juga dapat menyebabkan perubahan dalam ZnO3 ($N=3$) obligasi tegak lurus c -axis dan obligasi sudut α dan γ . Struktur wurtzite terdiri dari dua sub kisi hexagonal close packed (hcp) dimana masing-masing terdiri dari satu tipe atom yang ditempatkan dengan tepat satu sama lain sepanjang sumbu- c lipat tiga dengan nilai $u = 3/8=0,375$ (pada suatu struktur wurtzite ideal) pada koordinat fraksional (parameter u didefinisikan sebagai panjang ikatan paralel ke sumbu- c , dalam satuan c). Setiap sub kisi terdiri dari empat ato per sel satuan dan setiap atom dari satu jenis (atom golongan II) di kelilingi oleh empat atom dari jenis lain (golongan VI) atau sebaliknya yang terkoordinasi pada sudut tetrahedron.¹⁰

¹⁰ Manoranjan Ghosh, Debjani Karmakar, Sohini Basu, Santosh K. Gupta *Structural, Optical, and Electrical Properties of in Situ Synthesized ZnO–CuPc Nanocomposites*, Journal of Physics and Chemistry of Solids 75(4) 2013

2.4 DMS Golongan II-IV Berbasis ZnO

ZnO adalah semikonduktor berstruktur hexagonal dengan lebar celah pita langsung (3,3 eV) dan exciton energi ikat~60 MeV pada suhu kamar. ZnO juga merupakan host material ramah lingkungan dan murah yang dapat diolah dengan ion logam yang berbeda, termasuk elemen logam transisi (Cr, Mn, Fe, Ni, Co, dll).¹¹

ZnO nanostruktur adalah kandidat yang baik untuk digunakan dalam perangkat fungsional, pengobatan antibakteri, fotokatalis, agen pengiriman obat yang ditargetkan, pelapis anticorrosion dan perangkat spintronics karena toksisitas mereka rendah, biokompatibilitas, bio-safety dan mobilitas elektron tinggi.¹²

Selain itu untuk aplikasi daya tinggi, suhu tinggi yang transparan dan kemampuan untuk spontan membiarkan atau memanarkan pada gabungan panjang gelombang ultraviolet, membuat ZnO menarik dalam banyak perangkat aplikasi yang potensial. Dalam upaya untuk bahan dengan Tc yang tinggi, ZnO didoping TM telah muncul sebagai kandidat yang menarik menurut penelitian teoritis.¹³

ZnO tanpa doping bersifat diamagnetik (Karthika, 2015) akan tetapi ZnO dengan tambahan doping dengan logam transisi, perhitungan teoritis telah meramalkan DMS berbasis ZnO, seperti sebagai V-, Cr, Fe, Co- dan Ni-

¹¹ A. Abdel-Galil, M.R. Balboul, A. Sharaf (2015) Synthesis and characterization of Mn-doped ZnO diluted magnetic semiconductors, 4526(15)30151-4

¹² K. Karthika, K. Ravichandran (2015) Enhancing the magnetic and antibacterial properties of ZnO nanopowders through Mn + Co doping, 0272-8842

¹³ Min Zhong, Ying Li, Yemin Hu, Mingyuan Zhu, Wenxian Li, Hongmin Jin, Shiwei Wang, Yibing Li, Huijun Zhao (2015) Enhancement of Zinc vacancies in room-temperature ferromagnetic Cr-Mn codoped ZnO nanorods synthesized by hydrothermal method under high pulsed magnetic field, 8388(15)30179-1

doping senyawa ZnO dapat menunjukkan sifat ferromagnetik (FM).¹⁴

2.5 Mangan (Mn)

Mangan adalah suatu unsur kimia yang mempunyai nomor atom 25 dan memiliki simbol Mn. Logam mangan berwarna putih keabu-abuan. Mangan termasuk logam berat dan sangat rapuh tetapi mudah teroksidasi. Logam dan ion mangan bersifat paramagnetik. Hal ini dapat dilihat dari orbital d yang terisi penuh pada konfigurasi elektron. Mangan mempunyai isotop stabil yaitu ⁵⁵Mn. Mangan bersifat paramagnetik dengan titik leleh dan titik didih yang relatif tinggi. Mangan adalah logam abu-abu keperakan yang menyerupai besi. Sulit dan sangat rapuh, sulit untuk sekering, tapi mudah untuk mengoksidasi. Logam mangan dan ion umum yang bersifat paramagnetik.¹⁵

Mn secara luas digunakan untuk doping ke ZnO, karena radius yang sama (0,067 nm) dengan atom Zn (0,074 nm) dan kelarutan tinggi. Tapi, dari hasil eksperimen di Mn doping ZnO yang kontroversial dan mendapatkan suhu kamar sifat ferromagnetik dan asal-usulnya masih cukup diperdebatkan.¹⁶

Doping Mn pada sisi Zn sangat mempengaruhi morfologi permukaan nanopartikel ZnO dan yang bentuk struktur seperti bunga benar-benar menghilang.¹⁷

Dietl et al memprediksi secara teoritis bahwa tipe-p ZnO doping Mn akan menunjukkan sifat ferromagnetik dengan temperatur Curie (T_c) di atas 300K. Mn dapat

¹⁴ Hengda Li, Xinzhong Liu, Zhigong Zheng (2014) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 372 37-40

¹⁵ Lide, David R. (2004) Magnetic susceptibility of the elements and inorganic compounds in Handbook of Chemistry and Physics.

¹⁶ J. Das, D.K. Mishra, V.V. Srinivasu, D.R. Sahu, B.K. Roul (2015) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 382 111-116

¹⁷ A. Abdel-Galil, M.R. Balboul, A. Sharaf (2015) Synthesis and characterization of Mn-doped ZnO diluted magnetic semiconductors, 4526(15)30151-4

dimasukkan ke dalam kisi host ZnO dalam jumlah yang akan cukup besar (hingga 35%) tanpa penampilan fase sekunder.

Secara teori karena kulit 3d dari ion Mn^{2+} terdiri dari 5 spin tidak berpasangan, maka ion Mn^{2+} bersubstitusi dengan ion Zn^{2+} bisa memberikan peningkatan terhadap nilai magnet saturasi yang lebih besar. Pengukuran magnet menunjukkan bahwa sifat feromagnetik meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi dari CMn tetapi ketika CMn mencapai 10% maka fase sekunder $ZnMn_2O_4$ muncul yang menyebabkan nilai magnet saturasinya makin lemah karena keberadaan dari Mn^{3+} dan Mn^{4+} .¹⁸

Perilaku magnetik doping Mn ke ZnO (ZnO: Mn) telah dipelajari secara luas, dan perilaku magnet yang berbeda, seperti spin glass, sifat paramagnetik, anti sifat feromagnetik dan sifat feromagnetik (FM) semua telah dilaporkan. Hasil ini menunjukkan bahwa magnetisasi ZnO:Mn sangat bergantung pada metode persiapan dan prosedur. Dalam studi terbaru diamati suhu ruang sifat feromagnetik di ZnO didoping dengan Mn telah dikaitkan dengan kehadiran cacat kekosongan seperti zinc atau oksigen.¹⁹

2.6 Solid State Reaction

Rute solid state reaction adalah metode yang paling banyak digunakan untuk pembuatan padatan polikristalin dari campuran bahan awal yang solid. Padatan tidak bereaksi sama-sama pada suhu kamar selama skala waktu normal dan perlu untuk memanaskan mereka yaitu temperatur yang tinggi. Suhu yang sering digunakan adalah 500-1500 C agar reaksi terjadi pada tingkat yang cukup. Faktor-faktor kelayakan dan laju

¹⁸ Qianqian Gao, Yuqiang Dai, Chengbo Li, Liguang Yang, Xianchao Li, Chaojun Cu (2016) Journal of Alloys and Compounds, 8388 (16) 31576-6

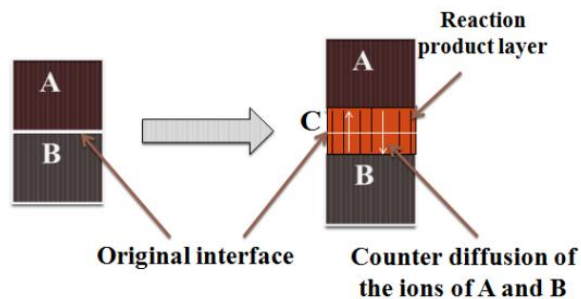
¹⁹ M. El-Hilo, A.A. Dakhel (2011) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 2202-2205

reaksi solid state tergantung kondisi reaksi, sifat struktur reaktan, luas permukaan padatan, reaktivitas dan termodinamika perubahan energi bebas yang terkait dengan reaksi. Besi (Fe) merupakan unsur transisi yang mempunyai sifat logam sebagaimana semua unsur transisi lainnya. Sifat logam ini dipengaruhi oleh kemudahan unsur tersebut untuk melepas elektron valensi.²⁰

Metode mekanis utama terdiri dari dua jenis

1. Proses mixed oxide atau proses solid state reaction ini adalah yang paling banyak digunakan proses seperti itu cocok untuk produksi massal bubuk hemat biaya, bubuk murni yang sangat halus disintesis melalui reaksi fase gas.
2. High energy Ball Mill atau sintesis fase cair metode ini sangat membantu untuk memproduksi homogen bubuk keramik halus dan melibatkan metode co-presipitasi dan sintesis hidrotermal.

Laju reaksi tergantung pada laju nukleasi, tingkat difusi ion dan luas permukaan hubungan antara padatan bereaksi. Skema reaksi solid state untuk kristal tunggal ditunjukkan pada gambar dibawah ini²¹



Gambar 2.8 Skematik solid state reaction

²⁰ Anthony R. West, Wiley and Sons (2005) Solid State Chemistry and its Applications

²¹ <https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Magparticle/Physics> diakses pada tanggal 20 November 2018

2.7 Pencampuran dan Penggilingan (*Milling and Mixing*)

Milling atau dikenal juga dengan sebutan blending adalah mencampur serbuk dengan komposisi kimia yang sama tetapi mempunyai ukuran partikel yang berbeda. Partikel dengan ukuran yang berbeda biasanya di milling untuk mengurangi porositas. Mixing adalah mengkombinasikan serbuk dengan unsur kimia berbeda. Salah satu keuntungan dari proses milling dan mixing adalah dapat mencampur berbagai logam dalam satu paduan. Proses milling dan mixing dilakukan secara mekanik.

Kadang-kadang serbuk logam di milling menggunakan medium cair dan proses ini disebut sebagai wet milling. Jika tidak ada cairan yang terlibat dalam proses milling maka disebut dry milling. Untuk mendapatkan produk yang lebih halus karena molekul pe;arut yang teradsorpsi pada permukaan partikel yang terbentuk dan mempunyai energi permukaan yang rendah. Selain itu, dengan menggunakan wet milling maka dihasilkan partikel serbuk yang takterakblumerasi (less aglomirated condition).

Penelitian lain juga melaporkan bahwa kecepatan amorphization terjadi lebih cepat pada wet milling jika dibandingkan dengan dry milling. Adapun kelemahannya wet milling adalah terjadinya kontaminasi pada serbuk karena menggunakan medium pelarut. Untuk itu, dalam penelitian perlu adanya pemilihan medium pelarut sesuai dengan starting material yang digunakan (suryanarayana, 2001). Beberapa faktor yang menentukan dalam proses milling serbuk adalah tipe mesin milling yang digunakan, milling container yang digunakan, kecepatan milling, lamanya waktu milling, jenis dan ukuran grinding balls yang digunakan, perbandingan antara massa serbuk dan bola-bola, luas daerah yang kosong pada vial/jar setelah dimasukkan serbuk dan bola-bola, atmosfer milling yang digunakan, dan suhu milling (suryanarayan, 2004). Dalam

penelitian yang akan dilakukan, proses milling menggunakan high speed shaker mill dengan proses wet milling.

Shaker mill seperti SPEX mill (Gambar 2.9a) yang menggiling sekitar 10 sampai 20 gr bubuk pada waktu, yang paling sering digunakan untuk pemeriksaan laboratorium dan untuk tujuan screening paduan. Biasanya mill memiliki 1 botol, yang berisi sampel dan penggilingan bola, diamankan di clam dan mengayunkan secara penuh beberapa ribu kali permenit. Gerakan getaar ini dikombinasikan dengan gerakan lateral ujung botol, sehingga botol muncul menjadi gambaran getaran sebagai tanda ketika bergerak. Dengan setiap ayunan dampak vial bola terhadap sampel dan akhir vial, baik penggilingan dan pencampuran sampel. Karena amplitudo (sekitar 5 cm) dan kecepatan (sekitar 1200 rpm) dari gerak penjepit, kecepatan bolanya tinggi (sekitar 5 m/s) dan akibat kekuatan dampak bola terhadap sampel luarbiasa besar.²²



Gambar 2.9 a) SPEX 8000 mixer/mill b) Tungseten karbide vial set

2.8 Pembentukan

Menekan dalam situasi praktis umumnya dilakukan secara uniaxial. Bubuk di tuangkan kedalam cetakan dengan alas dan penekan atas bergerak kebawah

²² Suryanarayan (2001) Progres in Materials Science 46 : 1-184

menerapkan tekanan uniaxial agar menjadi senyawa. Sebuah gerakan ganda dari atas dan bawah penekan, yaitu kedua penekan bergerak erhadap satu sama lain pada saat yang sama, disipakan karna distribusi kepadatan bahkan lebih seragam. Metode lain menekan adalah pemadatan isostatik. Tekanan kini diterapkan disemua arah pada waktu yang sama.

Metode ini lebih mahal namun distribusi kepadatan lebih seragam dan detail. Selama tahap awal pemadatan terjadi peningkatan kepadatan terutama karena penataan ulang partikel bubuk. Pada tahap terakhir, partikel terkunci dan mekanisme yang mengontrol kepadatan menginkat sebagian besar deformasi plastik. Tergantung pada suhu yang digunakan selama pemadatan. Prosedur ini disebut dengan pemadatan dingin atau panas. Bahan bubuk lebih mudah menyatu jika suhu yang ditinggikan tetapi biaya produksi juga meningkat. Kekuatan mekanik greenbody cukup untuk menanganinya setelah memberikan tekanan, tapi tidak cukup untuk menggunakannya dala situasi praktis dengan meningkatnya beban. Untuk meningkatkan perilaku mekanik partikel bubuk perlu digabungkan secara bersamaan dengan menggunakan perlakuan panas, sintering.²³



Gambar 2.10. high speed hydrolics press

²³ Olle Skrinjar (2005) Cold Compaction of Composit Powders

2.9 Proses Sintering

Proses sintering sangat rumit dan melibatkan beberapa mekanisme bahan transportasi, interaksi gas padat dan reaksi kimia selama suhu tinggi. Jika ada beberapa bahan dicampur bubuk senyawa suhu mungkin meningkat sampai satu atau lebih bahan yang meleleh, yaitu fase sintering cair, tapi unsur utama harus solid untuk mengamankan stabilitas. Selama sintering yang penyusutan komponen mungkin penghematan. Bubuk halus cenderung menyusut lebih dan tentu saja lebih tinggi hasil kepadatannya. Jika penyusutan terjadi berbeda dalam arah yang berbeda masalah akan terjadi dengan stabilitas dimensi. Kontrol suhu sangat dekat diperlukan untuk mengoptimalkan hasil akhir. Untuk dapat menggunakan detail setelah sintering beberapa operasi pasca sintering mungkin diperlukan seperti mesin, penggilingan, pengilangan dan pengeboran. Juga operasi sekunder lainnya yang digunakan seperti ukuran, impregnasi dan proteksi karat²⁴

2.10 X-Ray Diffraction (XRD)

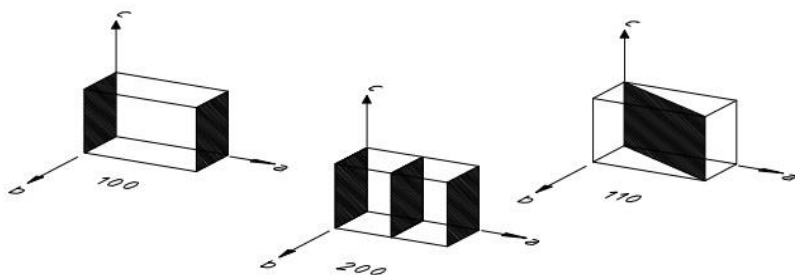
Elektron dalam medan elektromagnetik bolak balik akan beresonansi dengan frekuensi yang sama. Ketika sebuah X-Ray mengenai balok atom, elektron disekitar atom mulai terombang ambing dengan frekuensi yang sama dengan sinar yang masuk. Di hampir semua arah kita akan memiliki interferensi destruktif, yaitu gelombang difraksi keluar dari fase dan ada tidak ada energi yang dihasilkan meninggalkan sampel padat. Namun atom dalam kristal tersebut diatur dalam pola yang teratur, dan sangat sedikit arah yang akan memiliki interferensi konstruktif.

Gelombang akan berada di fase dan ada yang akan didefinisikan dengan baik oleh X-Ray yang

²⁴ Olle Skrinjar (2005) Cold Compaction of Composit Powders

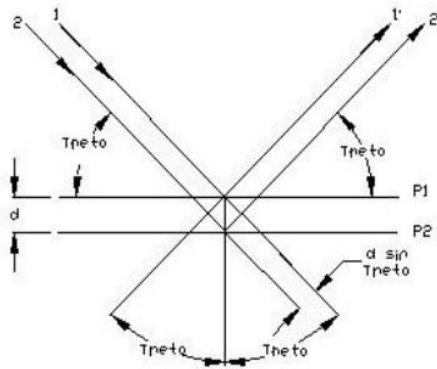
meninggalkan sampel di berbagai arah. Oleh karena itu, sinar difraksi dapat digambarkan sebagai balok terdiri dari sejumlah besar sinar tersebar saling memperkuat satu sama lain. Model ini kompleks untuk menangani matematis, dan di hari ke hari kerja kita tentang refleksi X-ray dari seri dari bidang sejajar di dalam kristal.

Orientasi dan interplanar jarak dari plane ini didefinisikan oleh 3 bilangan bulat h, k, l yang disebut indeks . sebuah himpunan plane dengan indeks h, k, l memotong sebuah sumbu dari sel satuan di bagian h , b sumbu di bagian k dan sumbu c di bagian l . Angka 0 menunjukkan bahwa plane sejajar dengan yang sesuai sumbu. Misalnya, $2, 2, 0$ plane memotong a dan sumbu b setengah , tetapi sejajar dengan sumbu c .



Gambar 2.11 Kisi dan orientasi bidang kristal

Jika kita menggunakan difraksi 3 dimensi kisi sebagai model matematika, 3 indeks h, k, l menjadi urutan difraksi sepanjang sel satuan sumbu a b dan c masing-masing. Sekarang harus jelas bahwa tergantung pada apa model matematika yang kita miliki dalam pikiran, kita menggunakan istilah x-ray refleksi dan x-ray difraksi sebagai sinonim. Mari kita mempertimbangkan insiden sinar x-ray pada sepasang bidang paralel p_1 dan p_2 , dipisahkan oleh jarak interplanar d .



Gambar 2.12. Prinsip kerja X-Ray Diffraction (XRD)

2 sinar insiden paralel 1 dan 2 membuat sudut θ dengan plane ini. Sebuah sinar tercermin dari maksimum intensitas akan terjadi jika gelombang yang diwakili oleh 1' dan 2' berada dalam fase. Perbedaan panjang jalan antara 1 sampai 1' dan 2 untuk 2' harus kemudian menjadi jumlah integral panjang gelombang (λ). Kita dapat mengungkapkan hubungan matematis ini dalam hukum Bragg :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.1)$$

Proses refleksi yang dijelaskan di sini dalam hal insiden dan tercermin (atau difraksi) sinar masing – masing membuat sudut θ dengan bidang kristal tetap. Refleksi terjadi dari plane ditetapkan pada sudut θ sehubungan dengan insiden balok tersebut dan menghasilkan sinar yang dipantulkan pada sudut 2θ dari balok insiden. Mungkin d-spacing didefinisikan oleh indeks hkl ditentukan oleh bentuk sel satuan. Menulis ulang hukum Bragg kita mendapatkan :

$$\sin \theta = \lambda / 2d \quad (2.2)$$

Oleh karena itu mungkin 2θ nilai dimana kita dapat memiliki refleksi ditentukan oleh dimensi sel satuan. Namun, intensitas refleksi ditentukan oleh distribusi elektron dalam sel satuan. Kerapatan elektron tertinggi

ditemukan disekitar atom. Oleh karena itu, intensitas tergantung pada jenis atom yang kita miliki dan dalam sel satuan mana mereka berada. Plane akan melalui daerah dengan kerapatan elektron tinggi akan memantulkan dengan kuat, plane dengan kerapatan elektron rendah akan memberikan intensitas lemah (thermo ARL, 1999).

Uji difraksi sinar x (XRD) dilakukan untuk menentukan fasa yang terbentuk setelah serbuk mengalami proses kalsinasi. Dari data yang akan dihasilkan dapat diprediksi ukuran kristal serbuk dengan bantuan software Xpowder dan Match.

Berdasarkan hasil XRD dapat ditentukan parameter kristal seperti kisi konstan, rasio kisi parameter, d-spacing dan ukuran kristal (D). Parameter kisi (a dan c) dari fase hexagonal (100) dan (002) plane dengan persamaan :

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta} \sqrt{h^2 + hk + k^2}$$

dan

$$c = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} l$$

Sedangkan untuk menentukan nilai d-spacing dan volumenya menggunakan persamaan :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{(3a^2)} + \left(\frac{l^2}{c^2} \right)$$

dan

$$V = \frac{\sqrt{3}}{2} (a)^2 c$$

Kisi regangan (ε) dihitung dengan menggunakan rumus tangen :

$$\varepsilon = \frac{\beta}{(4 \tan \theta)} \cdot 100\%$$

Ukuran kristalin ditentukan dengan pelebarah puncak difraksi sinar x yang muncul. Makin lebar puncak difraksi yang dihasilkan maka makin kecil ukuran kristal serbuk. Hubungan antara ukuran kristal dengan lebar puncak difraksi sinar x dapat diproximasy dengan persamaan Scherrer berikut :

$$D = \frac{0,9 \lambda}{\beta \cos \theta}$$

dengan D adalah ukuran (diameter) kristal, λ adalah panjang gelombang sinar x yang digunakan ($\lambda = 0,154056$ nm), θ adalah sudut Bragg, β adalah satu puncak yang dipilih

Selain itu, keberadaan electron pada blok d yang belum penuh menyebabkan unsur Fe memiliki banyak elektron tidak berpasangan. Elektron- elektron tidak berpasangan tersebut akan bergerak bebas pada kisi kristalnya sehingga membentuk ikatan logam yang lebih kuat dibandingkan dengan unsur golongan utama. Adanya ikatan logam ini menyebabkan titik leleh dan titik didih serta densitas unsur Fe cukup besar sehingga bersifat keras dan kuat. Nilai True density Fe secara teori berkisar 7,6-7,8 gr/cm³

Pergerakan elektron- elektron yang tidak berpasangan pada kisi kristal juga menyebabkan logam besi bersifat konduktor atau penghantar panas yang baik. Apabila logam besi diberikan kalor atau panas, energi kinetik elektron akan meningkat. Dengan demikian, elektron memindahkan energinya ke elektron yang lain sehingga panas merambat ke seluruh bagian logam besi tersebut. Fe tergolong bahan Ferromagnetik sehingga termasuk bahan yang memiliki nilai remanensi yang baik dan juga suseptibilitas yang baik pula²⁵

²⁵ Delovita Ginting (2014) Efek Penambahan Boron Terhadap Mikrostruktur, Sifat Fisis, dan Magnetik Barium Heksaferit, FMIPA USU

BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Lokasi Penelitian dan Waktu Penelitian

Penelitian dilakukan selama 4 (empat) bulan mulai tanggal 29 Agustus 2016 sampai dengan 21 Desember 2016 di Pusat Penelitian Pengembangan Fisika (P2F) Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI) Puspitek Serpong.

3.2 Alat dan Bahan

Peralatan dan bahan – bahan yang digunakan dalam penelitian adalah sebagai berikut :

3.2.1. Peralatan yang digunakan

- a) Spatula sebagai alat untuk mengambil sampel yang berbentuk bubuk.
- b) Neraca Digital 4 digit GF 600, fungsinya untuk menimbang bahan – bahan yang akan digunakan dalam pembuatan magnet.
- c) Gelas ukur (100 ml) sebagai tempat toluen.
- d) Kertas minyak untuk tempat sampel dalam bentuk bubuk.
- e) Jar untuk tempat pencampuran serbuk sampel.
- f) Shaker Milling digunakan untuk menghaluskan/meratakan campuran bahan dan membentuk paduan dari unsur yang di masukkan.
- g) Cawan kaca untuk tempat pengeringan campuran yang sudah di milling.
- h) Penjepit untuk memisahkan bola milling dengan camuran yang sudah di milling.
- i) Oven dengan suhu max 250 oC digunakan untuk mengeringkan sampel setelah mengalami pencampuran dan pencetakan.

- j) Cetakan (Molding) digunakan untuk mencetak sampel berdiameter 12 mm.
- k) Hot press MITSUBISHI GOT1000 berfungsi untuk menekan pada proses hot compaction sampel yang telah di masukkan kedalam cetakan dengan kekuatan tekanan, suhu dan waktu tertentu.
- l) Cawan keramik digunakan sebagai tempat sampel saat proses sintering.
- m) Furnace tipe KSL 1700X yang digunakan untuk tempat pembakaran sampel dalam proses sintering.
- n) X-Ray Diffraction (XRD) merk Shimadzu yang dapat digunakan sebagai alat karakterisasi sampel.
- o) Vibration Sample Magnetometer (VSM) yang digunakan sebagai alat karakterisasi sifat magnet sampel.

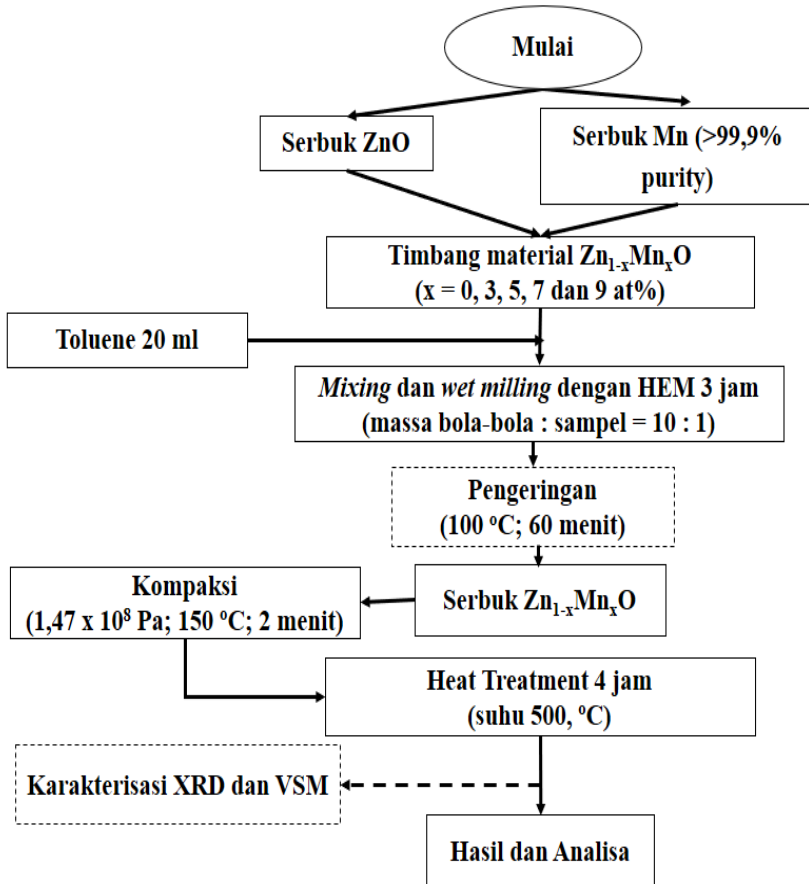
3.2.2. Peralatan yang digunakan

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah sebagai berikut :

- a) Powder Zinc Oksida (ZnO).
- b) Powder Mn (>99,9% purity).
- c) Toluene.
- d) Ethanol.

3.3 Diagram Alir

Diagram alir dari pembuatan magnet berbasis Zinc Oksida – Mangan:Ferit dapat di lihat pada gambar 3.1.



Gambar 3.1. Diagram alir dari pembuatan DMS berbasis Zinc Oksida doping Mangan (Mn).

3.4 Prosedur Penelitian

Tahap – tahap yang dilakukan dalam pembuatan DMS berbasis Zinc Oksida terdiri : (1) menentukan massa masing-masing ZnO doping dan co-doping, (2) pencampurang bahan baku, (3) pengeringan, (4) proses kompaksi/pencetakan dan (5) karakterisasi. Tahap – tahap tersebut dijelaskan sebagai berikut :

3.4.1. Pencampuran Bahan Baku

Zinc Oksida dan bahan doping dan co-doping ditimbang menggunakan neraca digital 4 digit GF 600 dengan komposisi masing – masing. Untuk $Zn_{1-x}Mn_xO$ doping mangan ($Mn > 99,9\%$ purity) memiliki variasi perbandingan massa atom dengan komposisi 100:0, 97:3, 95:5, 93:7 dan 91:9 at%. Massa total dari seluruh variasi perbandingan komposisi berjumlah 7 gram. Kemudian dilakukan pencampuran menggunakan Shaker Milling (SM) selama 3 jam.

Untuk menghindari kontaminasi pada sampel maka dilakukan pembersihan terhadap alat dan bahan terutama pada jar shaker milling. Pertama – tama Jar di bersihkan menggunakan zinc oksida karena sampel material DMS berbasis zinc. Kemudian dilakukan pembersihan sekali lagi dengan menggunakan etanol untuk membersihkan sisa zinc oksida didalam Jar shaker milling.

Pencampuran bahan baku dalam pembuatan material magnet berbasis Zinc Oksida meliputi beberapa tahapan, yaitu : perhitungan massa, mixing, milling dan pengeringan. Perhitungan massa dari masing – masing komposisi dilakukan dengan langkah – langkah sebagai berikut:

- a) Menentukan Mr campuran dari masing – masing komposisi yang mau di campurkan berdasarkan perbandingan persen jumlah doping. ($Ar\ Zn = 65$, $O = 16$, $Mn = 55$) ($Mr\ ZnO = 81$).
- b) Menentukan persen massa zinc oksida dan persen massa doping.
- c) Menghitung massa zinc oksida dan doping berdasarkan persen massa dari masing-masing komposisi terhadap massa total 7 gram.

Setelah massa dari masing – masing komposisi diperoleh, selanjutnya proses pencampuran dilanjutkan dengan langkah – langkah sebagai berikut :

- a) Menimbang bola milling berukuran 4,37 mm dengan perbandingan 10:1 terhadap jumlah massa total dari campuran.
- b) Bola milling dan serbuk yang sudah di timbang di masukkan kedalam jar.
- c) Toluene ditambahkan kedalam jar sebanyak 20 ml.
- d) Selanjutnya dilakukan proses milling menggunakan shaker milling selama 3 jam.
- e) Campuran yang sudah di milling dan masih basah dipisahkan dengan bola milling nya.
- f) Campuran yang basah kemudian dikeringkan ke dalam oven pada suhu 100 °C selama 1 jam sampai menjadi serbuk kering.
- g) Masing – masing serbuk campuran yang sudah kering di bagi menjadi 3 dengan jumlah massa yang sama. Variabel bebas pada penelitian ini adalah komunikasi petugas dan Faktor Lingkungan.

3.4.2. Proses Kompaksi

Serbuk kering hasil pencampuran ditimbang dan diperoleh massa rata-rata 1,8 gram kemudian dimasukkan kedalam cetakan 12 mm. Selanjutnya dilakukan proses kompaksi menggunakan Hot Press 1,5 ton f/cm², suhu 150 °C dan waktu penahanan ± 2 menit agar diperoleh sampel dengan hasil yang maksimal.

3.4.3. Proses Sintering

Sampel yang sudah dikompaksi selanjutnya disinter menggunakan Furnace High Temperature Tipe KSL-1700X pada suhu 500 oC selama ± 4 jam.

3.5 Karakterisasi

Sampel yang sudah disintering selanjutnya dilakukan proses karakterisasi untuk melihat perubahan struktur dan sifat magnetiknya. Alat yang digunakan untuk melihat perubahan strukturnya adalah *X-Ray diffraction* (XRD) merek Smartlab-RIGAKU.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Telah dilakukan pengamatan untuk melihat pengaruh intermetalik Mn dan Fe terhadap ZnO, dengan jumlah doping (Mn) dan co-doping(Mn:Fe) divariasi dari 3,5,7 dan 9 % atom sedangkan Fe 2% atom. Keterangan dan kode sampel diperlihatkan pada Tabel 4.1. Metode pencampuran yang digunakan adalah dengan metode solid state reaction menggunakan high speedshaker mill selama 3 jam. Efek yang diamati dalam penelitian ini adalah perubahan mikrostruktur dan sifat magnet dari ZnO yang didoping dengan Mn dan co-doping (Mn:Fe). Analisa mikrostruktur dari sampel dilakukan dengan menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan menggunakan Vibrating Sample Magnetometer (VSM) untuk melihat sifat magnet dari sampel.

Tabel 4.1. Konsentrasi dari doping

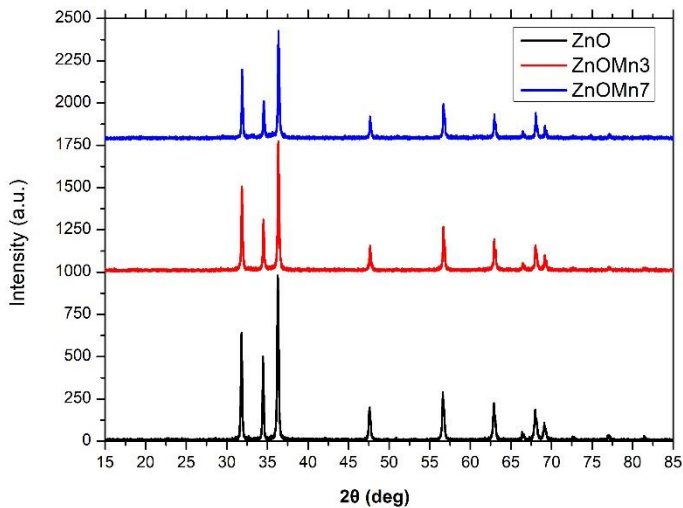
| Sampel | Material |
|--------|--------------|
| ZnO | Pure ZnO |
| Mn3 | ZnO-3 at% Mn |
| Mn7 | ZnO-7 at% Mn |

4.1 Hasil Penelitian

Analisa XRD dari struktur kristal ZnO yang didoping dengan Mn dan co-doping (Mn:Fe) dilakukan dengan menggunakan XRD (Smartlab-Rigaku, dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$) yang bertujuan untuk mengamati fasa-fasa yang terbentuk pada sample uji setelah proses sintering (500°C , 4 jam) di lingkungan atmosfir.

4.1.1 Analisa X-Ray Diffraction (XRD)

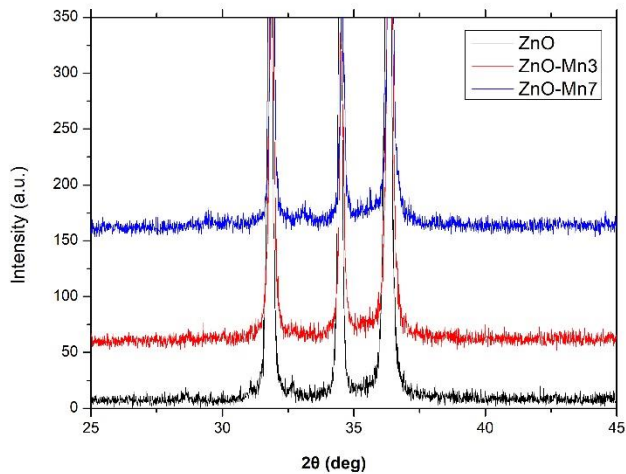
Gambar 4.1. menunjukkan pola difraksi dari sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ dengan doping Mn dimana ($x = 0, 3$ dan 7 at\%). Peak dominan yang muncul pada hasil pola XRD merupakan puncak ZnO. Berdasarkan hasil tersebut sesuai ICDD Card No. 01-078-3315 semua sampel memiliki struktur Hexagonal Wurtzite. Orientasi bidang dari puncak yang muncul pada sudut 2θ adalah (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004) dan (104).



Gambar 4.1. Pola XRD dari $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ ($x = 0, 3$ dan 7 at\%)

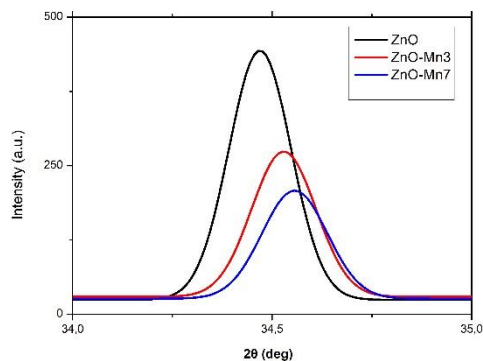
Berdasarkan hasil penelitian Chatopaday *et al* juga telah diamati sebelumnya bahwa munculnya fase skunder mulai dari konsentrasi 4 at\% dari doping Mn di dalam sampel ZnO. Pengamatan lebih detail sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ diambil pada sudut 2θ dengan range $25^\circ - 45^\circ$ yang

memperlihatkan tidak ada muncul peak dopant atau fase skunder.



Gambar 4.2. Pengamatn lebih detail pada 2θ of 25° to 45°
 $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$

Hasil ini berbeda dengan literatur Fabiola *et al* dengan metode co-precipitasi menunjukkan adanya puncak baru Mn_3O_4 ($x = 5, 10, 15$ dan 20 at%). Hasil pada penelitian ini hampir sama dengan Sharda *et al* dengan metode solid state reaction tetapi muncul fase skunder Mn_2O_3 pada $x = 20$ at%.



Gambar 4.3. Plane peak (002) dari $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$

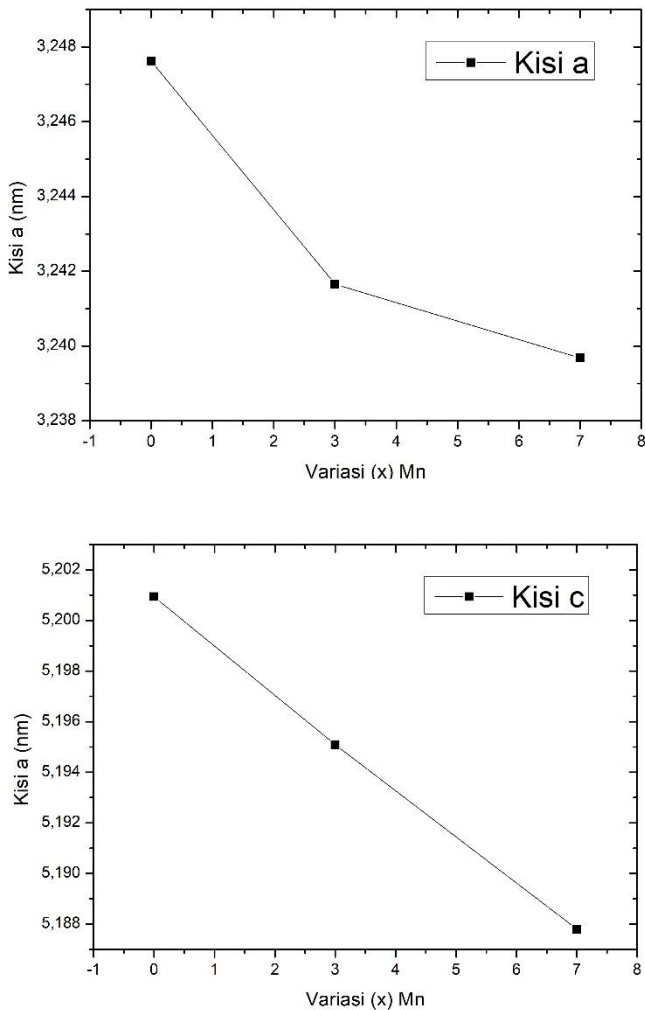
Pengamatan selanjutnya dengan memilih peak 002 untuk mewakili semua peak pola XRD $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ bisa dilihat bahwa dengan penambahan doping Mn, intensitas menurun untuk konsentrasi Mn ($x = 3$ dan 7 at%) sedangkan sudut puncak 2θ bergeser ke arah sudut 2θ yang lebih tinggi [ditunjukkan pada gambar 4.3]. Berbeda dengan hasil Rajendran *et al* ($x = 1, 2$ dan 3 at%), Neogi *et al* ($x = 2 - 10$ at%) dengan metode sol gel dan Srinet *et al* ($x = 2, 4$ dan 6 at%) dengan metode solid state reaction mengalami pergeseran kesudut yang lebih rendah. Sedangkan Sharda *et al* dengan metode solid state reaction bergeser sudut 2θ yang lebih tinggi saat ($x = 2, 5$ dan 10 at%) dan ke sudut 2θ yang lebih rendah saat ($x = 15$ dan 20 at%). Hal ini diindikasikan bahwa pergerakan puncak difraksi ke arah sudut yang lebih tinggi untuk semua sampel yang di doping Mn, dikarenakan pergantian ion Zn^{2+} oleh ion Mn^{2+} yang menyebabkan beberapa distorsi kisi. Sudut puncak 2θ bergeser kesudut yang lebih tinggi disebabkan oleh radius ionik Mn^{2+} ($0,66\text{\AA}$) lebih kecil dibandingkan dengan Zn^{2+} ($0,74\text{\AA}$).

Berdasarkan pola XRD bisa ditentukan parameter nilai dari parameter kisi seperti parameter konstanta kisi, rasio parameter kisi, d-spacing, volume, crystal size and strain. Parameter kisi a dan c pada struktur hexagonal ditentukan dari bidang (100) dan (002).

Hasil yang diperoleh dari perhitungan ditunjukkan pada **Tabel 4.2**. Parameter kisi a dan c $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ menunjukkan hasil yang lebih kecil dibandingkan dengan ICDD Card No. 01-0780-3315. dengan panjang gelombang sinar $\text{CuK}\alpha = 1,54056 \text{\AA}$ dengan parameter kisi $a = 3.249\text{\AA}$ dan $c = 5.207\text{\AA}$. hal ini diindikasikan karna ion Zn^{2+} digantikan oleh ion Mn yang memiliki radius ion yang berbeda seperti Mn^{2+} ($0,66\text{\AA}$), Mn^{3+} ($0,58\text{\AA}$) dan

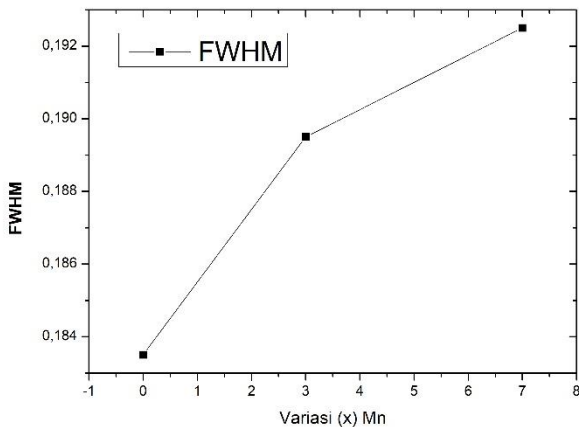
Mn^{4+} ($0,53\text{\AA}$) yang menyebabkan menurunnya parameter kisi.

Gambar 4.4. Menunjukkan penurunan nilai parameter kisi a dan c seiring dengan bertambahnya konsentrasi doping Mn pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$.



Gambar 4.4. Parameter kisi a dan c doping Mn pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$.

Gambar 4.2. menunjukkan tidak adanya tanda fase sekunder muncul yang menegaskan bahwa ion Mn telah bersubstitusi kedalam ZnO. Parameter kisi menurun karena radius ion Zn^{2+} ($0,74\text{\AA}$) lebih besar dibandingkan dengan ion Mn^{2+} ($0,66\text{\AA}$). Khalid *et al* melaporkan bahwa penurunan nilai parameter kisi bisa disebabkan oleh vacancy oksigen dan Sharda *et al* menyatakan terjadi penurunan nilai parameter kisi a dan c kemungkinan disebabkan oleh defect akibat sebagian doping Mn tidak bergabung dan hanya melekat di permukaan ZnO. **Tabel 4.2.** Pada umumnya rasio konstan untuk yang murni dan sampel yang didoping yang menegaskan bahwa atom dopant menyatu dengan baik kedalam kisi kristal ZnO tanpa merubah struktur kitalnya. FWHM meningkat dengan penambahan konsentrasi Mn ($x = 3$ dan 7 at%) [Bisa dilihat pada **gambar 4.5**]. FWHM sesuai dengan intensitas puncak , semkain tinggi puncaknya maka nilai FWHM semakin kecil yang biasanya dipengaruhi oleh kualitas kristal dan ukuran butir.



Gambar 4.5. FWHM dari ZnO doping Mn

Bisa dilihat pada tabel hasil perhitungan bahwa nilai ukuran butir (D) menurun dari $x = 3$ at% sampai $x = 7$ at%. Sesuai dengan hasil intensitas sebelumnya yang menunjukkan bahwa intensitas untuk konsentrasi doping Mn $x = 7$ at% bukan hanya karena kualitas kristal yang semakin baik tapi mungkin juga dikarenakan ukuran kristal yang lebih besar karna dengan meningkatnya konsentrasi Mn maka ion Mn semakin banyak yang bersubstitusi kedalam matrix ZnO. Sedangkan nilai strain (ϵ) terjadi kebalikannya, nilainya mengalami peningkatan pada $x = 3$ dan 7 at%. Hal ini terjadi karna ukuran butir yang lebih besar atau kuralitas kristal yang semakin baik.

Tabel 4.2. *Crystal size* (D) dan *strain* (ϵ) pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ berkisar 43,21 – 45,32 nm dan 0,2582 – 0,2701 %. Kisi strain meningkat dengan meningkatnya konsentrasi doping Mn yang mengindikasikan bahwa ion Mn^{2+} sukses bersubstitusi ke dalam material ZnO. Ukuran kristal menurun dengan meningkatnya konsentrasi doping Mn dikarenakan pertumbuhan yang kecil dibandingkan dengan nanokristal ZnO murni.

Tabel 4.2. Perhitungan parameter kisi dari $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ ($x = 0, 3$ dan 7 at%)

| Sampel | a (Å) | c (Å) | c/a | D (Å) | Volume (Å) | FWHM (deg) | D (nm) | ϵ (%) |
|--------|----------|----------|-------|----------|---------------|---------------|-----------|-------------------|
| ZnO | 3.248 | 5.201 | 1.601 | 2.6005 | 47.5053 | 0.1835 | 45.3261 | 0.2582 |
| Mn3 | 3.242 | 5.195 | 1.603 | 2.5975 | 47.2779 | 0.1895 | 43.8957 | 0.2663 |
| Mn7 | 3.240 | 5.188 | 1.601 | 2.5939 | 47.1539 | 0.1925 | 43.2175 | 0.2701 |

BAB V

SIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

1. Doping Mn dan co-doping (Mn:Fe) bersubstitusi kedalam matrix ZnO tanpa merubah struktur kristalnya.
2. Pada ZnO doping Mn intensitas mengalami penurunan, tidak ada muncul fase skunder dan puncak bergeser ke sudut yang lebih tinggi.
3. Pada ZnO co-doping (Mn:Fe) secara umum intensitas menurun, muncul fase sekunder Fe_3O_4 dan puncak bergeser ke sudut yang lebih tinggi.
4. Terjadi penurunan nilai parameter kisi a dan c secara umum dengan penambahan doping Mn dan co-doping (Mn:Fe).
5. Terjadi peningkatan nilai magnet saturasi dengan penambahan doping Mn dan co-doping (Mn:Fe) kedalam ZnO.
6. Penambahan co-doping (Mn:Fe) menunjukkan peningkatan nilai magnet saturasi hampir 2 kali lipat dibandingkan dengan penambahan doping Mn yang mungkin juga dipengaruhi oleh fase skunder.

5.2 Saran

1. Adapun saran dari penelitian ini sebagai acuan perkembangan riset selanjutnya adalah :

2. Perlu dilakukan penelitian lanjutan tentang preparasi ZnO yang didoping dan co-doping logam transisi.
3. Perlu dilakukan pemilihan konsentrasi doping dan co-doping yang lebih tinggi untuk ZnO sehingga menghasilkan hasil yang lebih baik.
4. Perlu dilakukan pemilihan suhu yang lebih tinggi untuk melihat perubahan pada sifat struktur dan sifat magnetnya.
5. Perlu dilakukan karakterisasi lanjutan untuk mengetahui lebih detail mengenai studi preparasi ZnO yang didoping dan co-doping logam transisi.

DAFTAR PUSTAKA

- A. Abdel-Galil, M.R. Balboul, A. Sharaf (2015) Synthesis and characterization of Mn-doped ZnO diluted magnetic semiconductors, 4526(15)30151-4
- Anthony R. West, Wiley and Sons (2005) Solid State Chemistry and its Applications
- Evi Maryanti (2008) Proceeding of The International Seminar on Chemistry 2008 (PP.125-129)
- Hengda Li, Xinzhong Liu, Zhigong Zheng (2014) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 372 37-40
<https://www.nde-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Magparticle/Physics> diakses pada tanggal 20 November 2016
- J. Das, D.K. Mishra, V.V. Srinivasu, D.R. Sahu, B.K. Roul (2015) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 382 111-116
- J.F. Piamba, J.C. Paz, Ligia E. Zamora, G.A. Pérez Alcázar (2012) J Supercond Nov Magn (2012) 25:2223–2226
- Jain Mukesh Kumar (1991) Dilute Magnetic Semiconductors, CHIP 91-26394
- Jefferson A W (2011) Pengaruh Penambahan Unsur Logam Transisi (Mn,Co,Ni dan Cu) Terhadap Struktur, Sifat Optik dan Sifat Magnetik Nanopartikel Fe doped ZnO, FMIPA UI
- Lide, David R. (2004) Magnetic susceptibility of the elements and inorganic compounds in Handbook of Chemistry and Physics.

- K. Karthika, K. Ravichandran (2015) Enhancing the magnetic and antibacterial properties of ZnO nanopowders through Mn + Co doping, 0272-8842
- M. El-Hilo, A.A. Dakhel (2011) Journal of Magnetism and Magnetic Materials 323 2202-2205
- Min Zhong, Ying Li, Yemin Hu, Mingyuan Zhu, Wenxian Li, Hongmin Jin, Shiwei Wang, Yibing Li, Huijun Zhao (2015) Enhancement of Zinc vacancies in room-temperature ferromagnetic Cr-Mn codoped ZnO nanorods synthesized by hydrothermal method under high pulsed magnetic field, 8388(15)30179-1
- Myung Hwa Jung (2010) Mechanical Properties of Complex Intermetallics: pp. 405-423
- Nadia Febiana (2011) Effect Penambahan Atom Mangan pada Nanopartikel Zink Oksida (ZnO) Terhadap Struktur, Sifat Optik dan Magnetik, FMIPA UI
- Nptel.ac.in/sources/112107085/module3/lecture4/lecture4.pdf diakses pada 20 November 2016
- Olle Skrinjar (2005) Cold Compaction of Composit Powders
- Qianqian Gao, Yuqiang Dai, Chengbo Li, Liguang Yang, Xianchao Li, Chaojun Cu (2016) Journal of Alloys and Compounds, 8388 (16) 31576-6
- Suryanarayan (2001) Progres in Materials Science 46 : 1-184
- Thermo ARL (1999) Basic of X-Ray Diffraction, Chapter 7
- W. Chen, L.F. Zhao, Y.Q. Wang, J.H. Miao, S. Liu, Z.C. Xia, S.L. Yuan (2005) Solid State Communications 134 (2005) 827-830

Lampiran 1 Perhitungan Parameter Kisi

1. Kisi a dan c

Parameter kisi a :

$$a = \frac{\lambda}{\sqrt{3} \sin \theta} \sqrt{h^2 + hk + k^2}$$

$$a = \frac{1,54056}{\sqrt{3} \sin 15,90} \sqrt{1^2 + 0 + 0^2}$$

$$a = \frac{1,54056}{0,274} \sqrt{1}$$

$$a = 3,248$$

Parameter kisi c :

$$c = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} l$$

$$c = \frac{1,54056}{2 \sin 17,23} 2$$

$$c = \frac{1,54056}{2(0,2962)} 2$$

$$c = 5,201$$

Parameter kisi d :

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{l^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4^2}{5,201^2}$$

$$d = \sqrt{6,76260025}$$

$$d = 2,6005$$

Lampiran 2 ICDD Card

01-078-3315

Oct 22, 2014 1:34 PM (DELL)

Status Alternate QM: Indexed Pressure/Temperature: Ambient Chemical Formula: Zn O
Empirical Formula: O Zn Weight %: O19.66 Zn50.34 Atomic %: O50.00 Zn50.00 ANX: AX
Compound Name: Zinc Oxide Mineral Name: Zincite, syn

Radiation: CuK α λ : 1.5406 Å d-Spacing: Calculated Intensity: Calculated μ : 5.12

SYS: Hexagonal SPGR: P63mc (186)
Author's Cell [AuthCell a: 3.249 Å AuthCell c: 5.207 Å AuthCell Vol: 47.60 Å³ AuthCell Z: 2.00
AuthCell MolVol: 23.80 Å³ Author's Cell Axial Ratio [c/a: 1.603]
Density [Dcalc: 5.676 g/cm³ Dstruc: 5.68 g/cm³] SS/FOM: F(27) = 999.9(0.0003, 29)
Temp: 300.000K (Author provided temperature)

Space Group: P63mc (186) Molecular Weight: 81.36
Crystal Data [XtiCell a: 3.249 Å XtiCell b: 3.249 Å XtiCell c: 5.207 Å XtiCell α : 90.00° XtiCell β : 90.00°
XtiCell γ : 120.00° XtiCell Vol: 47.60 Å³ XtiCell Z: 2.00]
Crystal Data Axial Ratio [c/a: 1.603 a/b: 1.000 c/b: 1.603]
Reduced Cell [RedCell a: 3.249 Å RedCell b: 3.249 Å RedCell c: 5.207 Å RedCell α : 90.00°
RedCell β : 90.00° RedCell γ : 120.00° RedCell Vol: 47.60 Å³]

Atomic parameters are cross-referenced from PDF entry 04-003-2106 ADP Type: B
Crystal (Symmetry Allowed): Non-centrosymmetric, Pyro / Piezo (p), Piezo (2nd Harm.)

SG Symmetry Operators:

| Seq. Operator | Seq. Operator | Seq. Operator | Seq. Operator | Seq. Operator | Seq. Operator |
|---------------|---------------|---------------|----------------|---------------|-----------------|
| 1 x,y,z | 4 -x,-y,z | 5 x,x-y,z | 7 -x,-y,z+1/2 | 9 x,y,z+1/2 | 11 -x,-y,z+1/2 |
| 2 -y,x-y,z | 4 -y,-x,z | 6 -x+y,y,z | 8 y,-x+y,z+1/2 | 10 y,x,z+1/2 | 12 x-y,-y,z+1/2 |

Atomic Coordinates:

| Atom | Num | Wyckoff | Symmetry | x | y | z | SOF | Biso | AET |
|------|-----|---------|----------|---------|---------|--------|-----|------|-----|
| Zn | 1 | 2b | 3m | 0.33333 | 0.66666 | 0.0 | 1.0 | 0.55 | 4-a |
| O | 2 | 2b | 3m | 0.33333 | 0.66666 | 0.3617 | 1.0 | 0.55 | 4-a |

Pearson: hP4.00 Prototype Structure: Zn S Prototype Structure (Alpha Order): S Zn

Subfile(s): Forensic, Alternate Pattern, Metals & Alloys, Mineral Related (Mineral, Synthetic), Common Phase, ICSD Pattern, Inorganic, Pharmaceutical

Entry Date: 11/15/2010 Last Modification Date: 01/17/2013

00-001-1136 (Deleted), 00-003-0056 (Deleted), 00-005-0664 (Alternate), 00-036-1451 (Primary),
01-070-2351 (Alternate), 01-070-0070 (Alternate), 01-070-5072 (Alternate), 01-071-3530 (Alternate),
01-075-1526 (Alternate), ✓ 01-075-1533 (Alternate), 01-075-9742 (Alternate), 01-076-0704 (Alternate),
01-076-8930 (Alternate), 01-077-9352 (Alternate), 01-078-2585 (Alternate), 01-078-4493 (Alternate),
01-078-4603 (Alternate), 01-078-4604 (Alternate), 01-078-4605 (Alternate), 01-078-4606 (Alternate),
01-078-5904 (Alternate), 01-079-3676 (Alternate), 01-080-3002 (Alternate), 01-080-3003 (Alternate),
01-080-3004 (Alternate), 01-080-4199 (Alternate), 01-080-4433 (Alternate), 01-080-6503 (Alternate),
01-080-7099 (Alternate), ✓ 04-001-7297 (Alternate), ✓ 04-003-2106 (Primary), ✓ 04-004-2776
(Alternate), ✓ 04-004-4530 (Alternate), ✓ 04-004-4531 (Alternate), ✓ 04-004-5134 (Alternate), ✓
04-004-6457 (Alternate), ✓ 04-004-7535 (Alternate), ✓ 04-004-9997 (Alternate), ✓ 04-005-4711
(Alternate), ✓ 04-005-5072 (Alternate), ✓ 04-005-5076 (Alternate), ✓ 04-006-1673 (Alternate), ✓
04-006-2075 (Alternate), ✓ 04-006-2545 (Alternate), ✓ 04-006-2357 (Alternate), ✓ 04-006-7189
(Alternate), ✓ 04-006-9717 (Alternate), ✓ 04-007-1614 (Alternate), ✓ 04-007-4715 (Alternate), ✓
04-007-5097 (Alternate), ✓ 04-007-9627 (Alternate), ✓ 04-007-9804 (Alternate), ✓ 04-007-9805
(Alternate), ✓ 04-008-2750 (Alternate), ✓ 04-008-3506 (Alternate), ✓ 04-008-4400 (Alternate), ✓
04-008-6994 (Alternate), ✓ 04-008-7114 (Alternate), ✓ 04-008-8190 (Alternate), ✓ 04-008-8197
(Alternate), ✓ 04-008-8198 (Alternate), ✓ 04-008-8199 (Alternate), ✓ 04-009-7657 (Alternate), ✓
04-013-6607 (Alternate), ✓ 04-013-6606 (Alternate), ✓ 04-013-6609 (Alternate), ✓ 04-013-6610
(Alternate), ✓ 04-013-6611 (Alternate), ✓ 04-013-7122 (Alternate), ✓ 04-014-0233 (Alternate), ✓
04-015-0025 (Alternate), ✓ 04-015-2215 (Alternate), ✓ 04-015-2634 (Alternate), ✓ 04-015-4060
(Alternate), ✓ 04-015-5030 (Alternate), ✓ 04-015-5031 (Alternate), ✓ 04-015-5032 (Alternate), ✓
04-015-5033 (Alternate), ✓ 04-015-5034 (Alternate), ✓ 04-015-5035 (Alternate), ✓ 04-016-3360
(Alternate), ✓ 04-016-6646 (Alternate), ✓ 04-016-6645 (Alternate)

References:

| Type | DOI | Reference |
|-------------------|-----|---|
| Primary Reference | | Calculated from ICSD using POWD-12++. |
| Crystal Structure | | Crystal Structure Source: LFF. |
| Structure | | "Room temperature ferromagnetism in Mn doped dilute Zn O semiconductor: an electronic structure study", Singhal, R.K., Dhawan, M., Kumar, S., Dola, S.N., Xing, Y.-T., Saltoivich, E. Physica B 404, 3275 (2009). |

ANX: AX. Analysis: O1 Zn1. Formula from original source: Zn O. ICSD Collection Code: 165002.
Sample Source or Locality: synthetic. Temperature of Data Collection: 300 K. Minor Warning: No e.s.d reported/abstracted on the cell dimension. No R factors reported/abstracted. Wyckoff Sequence: b2 (P63MC). Unit Cell Data Source: Powder Diffraction.

© 2014 International Centre for Diffraction Data. All rights reserved.

Page 1 / 2

01-078-3315

Oct 22, 2014 1:34 PM (DELL)

d-Spacings (2 θ) - 01-078-3315 (Fixed Slit Intensity) - Cu K α 1.54056Å

| 2 θ | d(Å) | I | h | k | l | * | 2 θ | d(Å) | I | h | k | l | * | 2 θ | d(Å) | I | h | k | l | * |
|------------|----------|-----|---|---|---|---|------------|----------|----|---|---|---|---|------------|----------|----|---|---|---|---|
| 31.7761 | 2.813720 | 565 | 1 | 0 | 0 | | 72.5592 | 1.301750 | 17 | 0 | 0 | 4 | | 107.4474 | 0.955477 | 6 | 2 | 0 | 4 | |
| 34.4195 | 2.603560 | 437 | 0 | 0 | 2 | | 76.9749 | 1.237710 | 32 | 2 | 0 | 2 | | 110.4255 | 0.937900 | 24 | 3 | 0 | 0 | |
| 36.2597 | 2.475420 | 599 | 1 | 0 | 1 | | 81.3827 | 1.161440 | 16 | 1 | 0 | 4 | | 116.3033 | 0.906901 | 57 | 2 | 1 | 3 | |
| 47.5427 | 1.910950 | 222 | 1 | 0 | 2 | | 88.6253 | 1.092920 | 60 | 2 | 0 | 3 | | 121.6050 | 0.862394 | 31 | 3 | 0 | 2 | |
| 56.6099 | 1.624500 | 304 | 1 | 1 | 0 | | 92.6204 | 1.063490 | 20 | 2 | 1 | 0 | | 125.1439 | 0.867633 | 4 | 0 | 0 | 6 | |
| 62.8576 | 1.477220 | 256 | 1 | 0 | 3 | | 95.3357 | 1.041970 | 59 | 2 | 1 | 1 | | 133.9267 | 0.837029 | 25 | 2 | 0 | 5 | |
| 66.3937 | 1.406060 | 39 | 2 | 0 | 0 | | 96.6237 | 1.015940 | 32 | 1 | 1 | 4 | | 136.5120 | 0.829265 | 5 | 1 | 0 | 6 | |
| 67.9594 | 1.378210 | 217 | 1 | 1 | 2 | | 102.9605 | 0.984515 | 22 | 2 | 1 | 2 | | 138.5466 | 0.823563 | 5 | 2 | 1 | 4 | |
| 69.1034 | 1.358160 | 101 | 2 | 0 | 1 | | 104.1272 | 0.976653 | 41 | 1 | 0 | 5 | | 143.0018 | 0.812250 | 16 | 2 | 2 | 0 | |